

DERWENT-ACC-NO: 1982-35447E  
DERWENT-WEEK: 198218  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Reclamation of used lubricating oil by supercritical extn. - with partial recycle of extract to improve prod. quality

INVENTOR: COENEN, H; KRIEGEL, E

PATENT-ASSIGNEE: KRUPP GMBH FRIED[KRPP]

PRIORITY-DATA: 1980DE-3038728 (October 14, 1980)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 3038728 A	April 29, 1982	N/A	007	N/A
DE 3038728 C	July 14, 1983	N/A	000	N/A

INT-CL\_(IPC): C10M011/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3038728A

BASIC-ABSTRACT: Process for reclaiming used oil (mainly spindle and neutral oils) comprises: (i) removing water by distn.; (ii) supercritically extracting the residue with a suitable inert gas, at a temp. above the gas's critical temp. and a pressure between its critical pressure and 350 bar; (iii) progressively releasing the pressure and/or varying the temp. of the extract to deposit at least two oil fractions; and (iv) recycling the first-deposited fraction to stage (ii), and using the remaining fractions in lubricating oils. Extracting gases include CO2 and methane.

The average quality of the extract is improved by rejecting the first fraction. Recycle of the latter to extn. reduces losses.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3038728C

EQUIVALENT-ABSTRACTS: Process for reclaiming used oil (mainly spindle and neutral oils) comprises: (i) removing water by distn.; (ii) supercritically extracting the residue with a suitable inert gas, at a temp. above the gas's critical temp. and a pressure between its critical pressure and 350 bar; (iii) progressively releasing the pressure and/or varying the temp. of the extract to deposit at least two oil fractions; and (iv) recycling the first-deposited fraction to stage (ii), and using the remaining fractions in lubricating oils.

Extracting gases include CO2 and methane.

The average quality of the extract is improved by rejecting the first fraction.  
Recycle of the latter to extn. reduces losses. (7pp)

TITLE-TERMS:

RECLAIM LUBRICATE OIL SUPERCRITICAL EXTRACT RECYCLE EXTRACT  
IMPROVE PRODUCT  
QUALITY

DERWENT-CLASS: H07

CPI-CODES: H07-H;

BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Off nlegungsschrift**  
⑪ **DE 3038728 A1**

⑤ Int. Cl. 3:  
**C 10 M 11/00**

⑳ Aktenzeichen:  
㉔ Anmeldetag:  
㉕ Offenlegungstag:

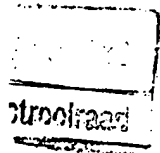
P 30 38 728.1 43  
14. 10. 80  
29. 4. 82

Annelder:

Fried. Krupp GmbH, 4300 Essen, DE

㉚ Erfinder.

Coenen, Hubert, Dr.-Ing.; Kriegel, Ernst, Dr. Ing., 4300  
Essen, DE



Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

4) **Verfahren zur Aufbereitung von Alzöl**

DE 3038728 A1

A n s p r ü c h e :

1. Verfahren zur Aufbereitung von Altöl, bei dem das aus etwa 70 Gew.-% Spindel- und Neutralöl, 5 Gew.-% niedriger und höher siedenden Ölen, 10 Gew.-% Additiven und Oxidationsprodukten, 10 Gew.-% Wasser und 5 Gew.-% schwer bzw. nicht flüchtigen Kohlenwasserstoffen bestehende sowie einen wechselnden Feststoffgehalt aufweisende Altöl entwässert und danach mit einem im überkritischen Zustand befindlichen inerten Gas oder Gasgemisch bei einer Temperatur oberhalb  $T_K$  und einem Druck von  $p_K$  bis 350 bar behandelt wird und bei dem anschließend aus der abgetrennten überkritischen Gasphase das extrahierte Spindel- und Neutralöl sowie die mitextrahierten Additive durch Druckerniedrigung und/oder Temperaturänderung in wenigstens zwei Fraktionen abgeschieden werden, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Fraktion in die Extraktionsstufe zurückgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als inertes Gas Kohlendioxid, Äthan, Äthen oder Propan und als Gasgemisch Äthan/Äthen oder Propan/Propen verwendet wird.

62/80  
1.10.1980  
1/Se

- 1 -

FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG  
in Essen

Verfahren zur Aufbereitung von Altöl

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung von Altöl, bei dem das aus etwa 70 Gew.-% Spindel- und Neutralöl, 5 Gew.-% niedriger und höher siedenden Ölen, 5 Gew.-% Additiven und Oxidationsprodukten, 10 Gew.-% Wasser und 5 Gew.-% schwer bzw. nicht flüchtigen Kohlenwasserstoffen bestehende sowie einen wechselnden Feststoffgehalt aufweisende Altöl entwässert und danach mit einem im überkritischen Zustand befindlichen inerten Gas oder Gasgemisch bei einer Temperatur oberhalb  $T_K$  und einem Druck von  $p_K$  bis 350 bar behandelt wird und bei dem anschließend aus der abgetrennten überkritischen Gasphase das extrahierte Spindel- und Neutralöl sowie die mitextrahierten Additive durch Druckerniedrigung und/oder Temperaturänderung in wenigstens zwei Fraktionen abgeschieden werden.

Ein derartiges Verfahren wurde bereits in der DE-OS 2 850 540 vorgeschlagen, wobei das mit diesem Verfahren gewonnene Zweittraffinat insbesondere als Schmieröl verwendet wird. Das bei dem vorgeschlagenen Verfahren gewonnene Zweittraffinat hat für bestimmte Verwendungszwecke noch keine ausreichende Qualität.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das aus der DE-OS 2 850 540 bekannte Verfahren zur Aufbereitung von Altöl so zu verbessern, daß Zweittraffinate mit höherer Qualität und einem geringeren Aschegehalt gewonnen werden

Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die erste Fraktion in die Extraktionsstufe zurückgeführt wird. Es hat sich nämlich überraschenderweise gezeigt, daß aus dem Altöl neben dem wiederverwendbaren Spindel- und Neutralöl auch einige Verunreinigungen in die überkritische Gasphase aufgenommen werden, die die Qualität des Zweit raffinats beeinträchtigen. Diese unerwünschten Verunreinigungen können aus der überkritischen Gasphase nahezu quantitativ in einer ersten Fraktion abgeschieden werden, während in den weiteren Fraktionen ein qualitativ hochwertiges Zweit raffinat gewonnen wird. Um die Verluste an wertvollem Zweit raffinat möglichst gering zu halten, wird die erste verunreinigte Fraktion in die Extraktionsstufe zurückgeführt. Durch diesen Teilkreislauf wird eine erhebliche Qualitätssteigerung des Zweit raffinats und eine nahezu quantitative Reinigung des Altöls erreicht.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen daß als inertes Gas Kohlendioxid, Äthan, Äthen oder Propan und als Gasgemisch Äthan/Äthen oder Propan/Prop verwendet wird. Diese Gase und Gasgemische stehen in ausreichender Menge zur Verfügung und können für das Verfahren nach der Erfindung sowohl in technischer als auch in wirtschaftlicher Hinsicht vorteilhaft eingesetzt werden.

Der Gegenstand der Erfindung wird nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Das aufzubereitende Altöl wird am Ort seiner Entstehung gesammelt und an die Aufbereitungsanlage abgegeben. Es gelangt zu einer durchschnittlichen Zusammensetzung von 70 Gew.-% Spindel- und Neutralöl, 5 Gew.-% niedriger und höher

siedender Öle, 10 Gew.-% Additive und Oxidationsprodukte, 10 Gew.-% Wasser und 5 Gew.-% schwer bzw. nicht flüchtige Kohlenwasserstoffe sowie einem wechselnden Feststoffgehalt (Sand, Staub, Metallteilchen) in den

5 erfindungsgemäßen Aufbereitungsprozeß, wo es zunächst in bekannter Weise durch eine Destillation entwässert wird. Bei der destillativen Entwässerung wird neben Wasser der größte Teil der niedrig siedenden Öle mit

10 abgetrennt. Das entwässerte Altöl wird in einen Autoklaven gefördert, wo es mit überkritischem Äthan vermischt wird. Die Extraktionstemperatur beträgt 55°C und der Extraktionsdruck beträgt 158 bar. Beim Durchströmen des Altöls beläd sich das überkritische Äthan entsprechend dem thermodynamischen Zustand mit dem

15 größten Teil des Spindel- und Neutralöls sowie mit den Additiven. Die Oxidationsprodukte, die schwer bzw. nicht flüchtigen Kohlenwasserstoffe und die Feststoffe bleiben nahezu quantitativ im Autoklaven zurück. Nur

20 ein kleiner Teil dieser nicht flüchtigen Substanzen wird in die überkritische Gasphase aufgenommen. Die beladene Gasphase wird oberhalb des Autoklaven abgezogen und anschließend durch Druckerniedrigung und/oder Temperaturänderung (Temperaturerniedrigung und Temperaturerhöhung) in ihre Bestandteile zerlegt. Die Abscheidung der extrahierten Öle und Additive erfolgt in fünf

25 Fraktionen, wobei folgende Bedingungen eingehalten werden:

	Fraktion 1	155 bar	55°C
	Fraktion 2	140 bar	55°C
	Fraktion 3	110 bar	55°C
30	Fraktion 4	75 bar	55°C
	Fraktion 5	35 bar	40°C

14.10.80

3038728

Das Verfahren hat folgende Mengenbilanz:

	g/h	%
Einsatz	700	100
Ausbeute Fraktion 1	22,4	3,2
5 Ausbeute Fraktion 2	140	20
Ausbeute Fraktion 3	249,2	35,6
Ausbeute Fraktion 4	179,2	25,6
Ausbeute Fraktion 5	60,2	8,6
Extraktionsrückstand	49	7

10 Die Fraktion 1 wird mit dem entwässerten Altöl vermischt und danach in die Extraktionsstufe eingeführt.

Das aus der fünften Abscheidungsstufe austretende Extraktionsmittel wird in einer Umwälzpumpe und einem nachgeschalteten Wärmetauscher komprimiert bzw. erwärmt und so in den überkritischen Zustand gebracht. 15 Aus dem Autoklaven wird der Extraktionsrückstand entnommen und in einem Abscheider entspannt. Auch das aus dem Extraktionsrückstand gewonnene Gas wird in die Extraktionsstufe zurückgeführt.

20 Das entwässerte Altöl hat einen Aschegehalt von 0,47%, während der Aschegehalt des Extraktionsrückstandes 6,68 beträgt. Der Aschegehalt der Fraktion 1, die in die Extraktionsstufe zurückgeführt wird, beträgt 0,21%. Demgegenüber haben die Fraktionen 2 bis 5, die als Schmier 25 öle verwendet werden, einen wesentlich geringeren Aschegehalt:



14.10.00

3038728

6

Fraktion	2	0,04%
Fraktion	3	0,02%
Fraktion	4	0,01%
Fraktion	5	0,01%

- 5 Dadurch, daß die Fraktion in die Extraktionsstufe zurückgeführt wird, gelangen nur sehr wenige Verunreinigungen in das Schmieröl, das aus den Fraktionen 2 bis 5 hergestellt wird.